

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**APPARATUS AND METHOD FOR GROWING SEMICONDUCTOR CRYSTAL LAYER**

Patent Number: JP4284623  
Publication date: 1992-10-09  
Inventor(s): NAKAMURA SHUJI  
Applicant(s): NICHIA CHEM IND LTD  
Requested Patent: ☐ JP4284623  
Application: JP19910074822  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L21/205; H01L21/26  
EC Classification:  
Equivalents: JP2556211B2

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To achieve that a peep window formed at a transparent pipe is not contaminated for a long time.  
**CONSTITUTION:** A reaction container 1 is provided with a transparent pipe 5 used to make a gas flow into; the transparent pipe 5 is cylindrical in such a way that its rear end is more slender than its tip; at least one part is revealed to the outside of the reaction container. The tip of the transparent pipe 5 is opened at the inside of the suction container; a gas with which the transparent pipe 5 is not contaminated is made to flow from its rear end toward its tip. The gas which flows from the rear end of the transparent pipe becomes a layerlike stream, and a reaction gas is not mixed at the inside of the transparent pipe. As a result, the transparent pipe 5 is not contaminated for a long time. Consequently, the state of a semiconductor crystal layer can be observed via the transparent pipe 5, and a crystal can be grown by being irradiated with light.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 許 番 号

第2556211号

(45) 発行日 平成 8 年(1996)11月20日

(24) 登録日 平成 8 年(1996) 9 月 5 日

(51) Int. CL <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	P I	技術表示箇所
H 0 1 L	21/205		H 0 1 L 21/205	
	21/28		21/28	L

請求項の数 2 (全 5 項)

(21) 出願番号 特願平3-74822

(22) 出願日 平成 3 年(1991) 3 月13日

(65) 公開番号 特開平4-284823

(43) 公開日 平成 4 年(1992)10月 9 日

(73) 特許権者 000226057

日亜化学工業株式会社

徳島県阿南市上中町岡491番地100

(72) 発明者 中村 修二

徳島県阿南市上中町岡491番地100 日亜  
化学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 豊橋 康弘

審査官 加藤 浩一

(54) 【発明の名称】 半導体結晶層の成長装置とその成長方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 反応容器と、基板を載せるために反応容器の内部に配設されているサセプターと、サセプターを加熱する手段と、基板に向かって反応ガスを供給する反応ガス供給管とを備える半導体結晶層の成長装置において、反応容器に、ガスを流入させる透明管を備えており、透明管は先端よりも後端を細くした筒状で、少なくとも一部は反応容器の外部に突出しており、透明管の先端は反応容器内に開口されており、さらに透明管の後端はガスの供給源に連結されており、透明管を介して基板の半導体結晶層の状態が観測できるように構成されていることを特徴とする半導体結晶層の成長装置。

【請求項2】 請求項1に記載の成長装置の透明管の後端から、反応容器内にガスを流しながら、さらにまた、透明管の外部に配設した光源より、透明管を介して、光

2

源から放射される光を基板に照射することを特徴とする半導体結晶層の成長方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、半導体結晶層を成長させる装置と方法に関し、特に外部から半導体結晶層の状態を観測でき、また外部から光を照射して半導体結晶層を成長させる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 有機金属気相成長法（以下、MOCVD法という）、あるいは分子線ビームエピタキシー法を用い、反応容器内に設置された基板上に、半導体結晶を成長させる場合において、反応容器に、いかにして汚れない「覗き窓」を設けるかが問題となっている。それはこれらの方法により半導体結晶を成長させている途中で、

R007277

結晶が成長している状態を外部より観察したり、または「覗き窓」を通して結晶層に光を照射して、成長している結晶層に光エネルギーを与えることにより、成長状態を変えたいという目的があるからである。

〔0003〕従来、反応容器の「覗き窓」として、いくつかの構造が提案されており、また使用されている。図4はその一例として「覗き窓」を有する従来の装置を示している。この装置は、反応容器1が石英パイプを使用した二重管構造をしており、外側管のさらに外側には基板8を加熱する誘導コイル12が巻かれている。内側管は、基板8の上方に「覗き窓」13を開口している。内側管の内部には反応ガスが供給され、基板表面に半導体結晶層を成長させる。外側管には、例えば水を流し、反応ガスが外側管に流入しないようにしている。

〔0004〕

〔発明が解決しようとする課題〕しかしながらこの構造の装置では、反応ガスによって内側管および外側管の内面が汚れてしまい、何回も連続して使用できない欠点があった。内側管内面は常時反応ガスが流れるため、すぐに反応ガスの分解生成物が付着し、黒く汚れてしまう。同様に外側管においても、外側管を流れる水素ガスが「覗き窓」の近傍で乱流となり、反応ガスが外側管にまで流入し、ちょうど「覗き窓」上部にある外側管の内面に接触することにより、徐々にその部分を汚染して基板を見えなくしてしまう。

〔0005〕そのため数回の使用で、反応容器全体を交換しなければならぬ；反応容器を交換する際、反応容器内部に空気中の水分が吸着しているので、その水分を除去するために、真空ベーキング、ガスベーキング等の複雑な工程を、数日にわたって何度も繰り返す必要があり極めて手間がかかる。

〔0006〕ところで、半導体結晶層を成長させる方法において、光を照射しながら成長させる方法がある。この方法は、光を照射することによって、成長温度を著しく低くできる特長があり、光を照射するために、反応容器の外側に光源を配設する。光源は、「覗き窓」を透過する光でエピタキシャル結晶層を照射する。この方法においては「覗き窓」が汚れないようにすることが極めて重要である。汚れた「覗き窓」は光を吸収して、エピタキシャル結晶層に光照射強度を低下させてしまう。

〔0007〕この発明は、これらの欠点を解決するために開発されたものであり、この発明の目的は「覗き窓」が長時間にわたって汚れないようにして、結晶成長の状態が観察できる半導体結晶層の成長装置を提供するにある。またこの発明のもう一つの重要な目的は、汚れない「覗き窓」を有する半導体結晶層の成長装置を利用し、その「覗き窓」から光を効率よく照射することによって、半導体結晶層を成長させる方法を提供するにある。

〔0008〕

〔課題を解決するための手段〕この発明の結晶成長装置

と成長方法とは、前述の目的を達成するために、下記の構成を備えている。まず、半導体結晶層の成長装置は、反応容器1と、基板8を載せるために配設されているサセプター2と、サセプターを加熱するヒータ3と、基板に向かって反応ガスを供給する反応ガス供給管4とを備えている。

〔0009〕さらにこの装置は、反応容器1にガスを流入させるための透明管5を備えている。透明管5は先端よりも後端を細くした筒状で、少なくとも一部は反応容器1の外側に突出しており、透明管5の先端は反応容器内に開口されている。透明管5の後端はガスの供給源に連結されており、透明管5にガスを流すことにより、反応ガスによる透明管5の汚れを防止でき、透明管5を介して基板8に成長させる半導体結晶状態を観察でき、さらに透明管5を介して光を基板8に照射できるように構成されている。

〔0010〕また、この発明の半導体結晶層の成長方法は、上記構成を有する反応容器1の内部に配設されたサセプター2に基板8を載せ、サセプター2を加熱して、基板8に向かって反応ガスを供給して、さらに、透明管5の後端からガスを流しながら、透明管5の外側に配設された光源9から放射する光を透明管5を介して基板8に照射して半導体結晶層を成長させるものである。

〔0011〕

〔実施例〕以下、この発明の実施例を図面に基づいて説明する。但し、以下に示す実施例はこの発明の技術思想を具体化するものを例示するものであって、この発明を下記のものに特定するものではない。この発明は、特許請求の範囲において、数々の変更を加えることができる。さらにこの明細書は、特許請求の範囲を理解しやすいように、実施例に示される部材に対応する番号を、「課題を解決するための手段」の欄に示される部材に付記している。ただ特許請求の範囲に示される部材を、実施例の部材に特定するものではない。

〔0012〕図1に、本発明の構成を有する半導体結晶層の成長装置の一例を示す。この装置は例えばGa<sub>0.5</sub>In<sub>0.5</sub>N半導体結晶あるいはこれらの混合物をMOCVD法でエピタキシャル成長させる装置である。この装置は反応容器1と、サセプター2と、ヒータ3と、反応ガス供給管4と、透明管5を備えている。

〔0013〕反応容器1は、ステンレスでもって外気から遮断できる構造に作られている。図示しないが反応容器1には、基板8を出し入れできる出入口が設けられ、出入口には反応容器内部を気密に保つことができる蓋が設けられている。さらに反応容器1には、内部のガスを排気する排気口が開口されている。排気口は、真空ポンプ8に連結され、真空ポンプ8で空気を強制的に排気できる。

〔0014〕サセプター2はヒータ3に加熱される。したがって、サセプター2は耐熱性があり、しかも加熱状

壁において、反応容器1内のガスと反応しない物質からなっており、例えば炭素でできたサセプター2の表面をさらに酸化ケイ素でコーティングした構造となっている。

〔0015〕ヒータ3は、サセプター2の下側に、接近するが接触しないように配設されており、下からサセプター2を加熱する構造となっている。ヒータ3はオンオフあるいは、通電電流が制御されて、サセプター2を設定温度に加熱する。ヒータ3はサセプター2に内蔵された温度センサー（図示せず）によって制御される。

〔0016〕ヒータ3はサセプター2を加熱できる全ての位置に配設することができる。さらに図示しないが、ヒータをサセプター内に設けて、サセプターと一体構造にすることも可能である。

〔0017〕反応ガス供給管4は、サセプター2の上に設けられた基板8の上面に反応ガスを供給する。従って、反応ガス供給管4は水平ないし多少傾斜して、反応容器1を気密に貫通して固定されている。反応ガス供給管4は、その先端を基板8の近傍まで延長している。

〔0018〕例えばGaNのエピタキシャル層を基板8上に形成する場合、反応ガス供給管4からは、水素と、アンモニアガスと、トリメチルガリウム（TMG）ガスの混合ガスを基板8の表面に向かって供給する。

〔0019〕透明管5は、例えば石英ガラスのように、1000℃以上に加熱されるサセプターの温度にも耐えられる性質を持った透明な材質で作られる。透明管5は、反応容器1の上面を気密に貫通し、その上端を、反応容器1の外部に突出させている。透明管5は、その先端よりも後端を細くした筒状をしており、下方に向かって開口面積が大きくなる円錐状となっている。透明管5の後端はガスの供給源に連結されており、水素、窒素、アルゴン、ヘリウム等の、単独で、あるいは混合して透明管を汚すことのないガスを基板8に向けて流すことができる。さらに、透明管5は、それらのガスを基板8の上面に均一に吹き付けることができるように、先端開口部（下端開口部）の断面積が、基板8の面積にほぼ等しくなるように設計されている。さらに透明管5の下端は、基板8の上面に接近して開口している。透明管5の下端と基板8との間隔は5mm～50cm、好ましくは10mm～30cmの間隔に調整してある。

〔0020〕透明管5は、最も好ましくは円錐状の形状のものを使用するが、必ずしも円錐状とする必要はなく、開口端に向かって断面積が大きくなる楕円錐状、あるいは多角錐状としてもよい。多角錐状の透明管にする場合、多角形の、横断面形状の隅角を所定の曲率で湾曲させるのがよい。

〔0021〕円錐状、あるいは隅角を所定の曲率で湾曲させた多角錐状石英チューブは、従来、縦型MOCVD装置の反応容器として使用されている。この形状にすると、内部を流れるガスが均一な層流となって流れ、ガスを均一に流すことができる。

〔0022〕さらに図2に示す装置は、透明管5の上方に光源9を設けている。光源9は半導体結晶層に光を照射して、低温で半導体結晶層を成長させることができる。光源9は、透明管5の上部に配設され、光源9から放射される光は、レンズ10や反射鏡11で集束されて、基板8上に積層される半導体結晶層表面を均一に照射する。このように光を集束して照射すると、より強い光で半導体結晶層を照射できる特長がある。光源には、水銀ランプやキセノンランプ等の紫外線ランプが使用される。光源に使用するランプは、200W～数kWのものが使用できる。

〔0023〕さらに図3は筒状の反応容器1の一方から反応ガスを供給して、基板8に半導体結晶層を成長させる装置を示している。この装置は、例えばGaAs、GaAlAs等の結晶を成長させる場合によく用いられる装置で、反応容器1の形状を水平に延長した筒状としている。反応容器1の内部にはサセプター2が配設され、サセプター2を誘導コイル12で加熱する構造となっている。また基板8の上方には垂直に延長して透明管5を配設している。透明管5は図1と図2に示す装置と同じ構造のものが使用できる。また透明管5の上端は、水素、窒素等のガスの供給源に連結している。透明管5に供給されたガスは、透明管5の内部を層流状態で均一に流下し、反応ガスが透明管5の内部にまで入ってこないようにしている。

〔0024〕さらに図示しないが、図3に示す装置は、図2に示す装置と同じように、透明管5の上方に光源を配設して、基板に光を照射することもできる。

〔0025〕図1に示す半導体結晶層の成長装置を使用して、下記の条件でGaN半導体結晶層を成長させた。

〔実施例1〕

- ① 洗浄してきれいなサファイア基板を、サセプター2の上に載せ、反応容器1内にサセプター2を移す。
- ② 反応容器1を真空ポンプ9で排気した後、反応ガス供給管4からH<sub>2</sub>を流し、内部をH<sub>2</sub>で置換する。
- ③ その後、H<sub>2</sub>ガスを供給しながら、サセプター2を1050℃まで上昇させる。
- ④ この状態を10分間保持し、サファイア表面の酸化層を除去する。
- ⑤ 水素を流しながら、サセプター2の温度を993℃にまで下げて安定するまで静置する。
- ⑥ 次に反応ガス供給管4から、窒素源としてアンモニアガスを5.0 l/分の流量で、キャリアガスとして水素を1.0 l/分の流量で供給し、透明管5から、水素を10.0 l/分の流量で流し、温度が安定するまでの状態を保持する。
- ⑦ 続いて反応ガス供給管4から、アンモニアガスと水素に加えて、Ga源としてTMGガスを2.7×10<sup>-1</sup>モル/分で80分間流し、GaNエピタキシャル層を成長させる。この間サセプター2をゆっくりと回転させる。

【0026】④の工程においてエピタキシャル層から放射される赤外線、0.98 $\mu$ mの赤外線強度を測定する単色型狭波長帯域の放射温度計14で検出する。放射温度計14が検出した赤外線強度、すなわち温度を図5に示している。図5に示すようにエピタキシャル層が成長するに従い、赤外線強度が振動し、これを測定することによってエピタキシャル層の膜厚を知ることができる。また特定波長のレーザー光を照射し、この強度の変化から膜厚を測定することもできる。

【0027】この方法でGa<sub>2</sub>Nの成長を100回連続して行ったが、透明管5は全く汚れなかった。このため、透明管5を介して半導体結晶層の成長状態を観察することができ、また放射温度計を使用して半導体結晶層の成長状態を常に正確に知ることができた。

【0028】【実施例2】図2に示す装置を使用して、光源9から紫外線を照射しながらGaAs結晶層を成長させた。サセプター2に載せる基板8には、GaAs結晶を使用する。反応ガス供給管4から、As源としてアルシン(AsH<sub>3</sub>)、Ga源としてTMGガス、キャリアガスとして水素を流す。

【0029】光源9には、500Wの水銀ランプを使用する。水銀ランプから放射された紫外線をレンズで集光して基板8を照射する。

【0030】この状態で基板温度をヒータ3により約400~500℃に加熱して、GaAsの光照射MOCVD法による成長を行う。透明管5には、反応開始より反応終了まで常に水素ガスを10.0l/分の流量で流す。

【0031】この状態で80分間GaAsのエピタキシャル層を成長させたが、透明管5は全く汚れずに、紫外線を均一に反応中ずっと照射することができた。なお、図2に示す装置を使用して、連続して100回、光照射MOCVD法によるGaAs結晶層を成長させたが透明管5は全く汚れなかった。このため、透明管5を通過して、紫外線を効率よくGaAs基板に照射することが可能であった。

【0032】

【発明の効果】この発明の半導体層の結晶成長装置は、反応容器に「覗き窓」としての透明管を備えている。この透明管は、先端よりも後端を細くした筒状で、少なくとも一部は反応容器内の外部に露出しており、透明管の後端は反応容器内に開口されている。さらに透明管の後

端からはガスが供給されている。この構造の装置は、透明管の先端を反応容器内に開口しており、透明管の内部でガスが乱流とならず、層流となるので、反応ガスが透明管の内部に流入してきて、透明管を汚すことがない。

【0033】このため、この発明の装置は、極めて長時間にわたって、透明管が反応ガスで汚れず、「覗き窓」としての役割を果たし、半導体結晶層の成長状態を正確に観測できる特長がある。ちなみに、本発明者が試作した装置は、数百時間使用しても、透明管の汚れをほとんど皆無にできる卓効を実現した。

【0034】さらにまた、この発明の方法は、極めて長時間使用しても汚れない「覗き窓」である透明管を使用して半導体結晶層に光を照射する。このため、光源からでた光は、減衰することなく、エピタキシャル結晶層を効率よく照射して、光エネルギーを有効に利用して、半導体結晶層を成長できる特長がある。

【0035】さらに、この発明の装置は、透明管が汚れないので、これを交換する必要がなく、真空ベーキングやガスベーキング等を利用したクリーニング手段を極端に、半導体結晶層を効率よく生産できる特長がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施例を示す半導体結晶層の成長装置の概略断面図

【図2】この発明の他の実施例を示す半導体結晶層の成長装置の概略断面図

【図3】この発明の他の実施例を示す半導体結晶層の成長装置の概略断面図

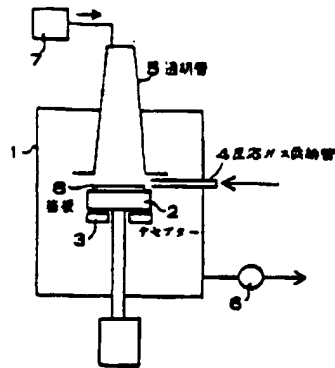
【図4】従来の半導体結晶層の成長装置の概略断面図

【図5】実施例1においてエピタキシャル結晶層から放射される赤外線強度から測定された温度特性を示すグラフ図

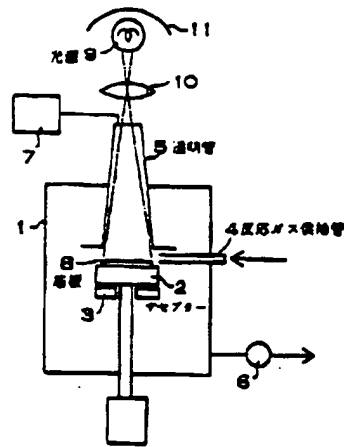
【符号の説明】

1...反応容器	2...サセプター	3...ヒータ
4...反応ガス供給管	5...透明管	6...真空ポンプ
7...ガス供給源	8...基板	9...光源
10...レンズ	11...反射鏡	12...誘導コイル
13...覗き窓	14...放射温度計	

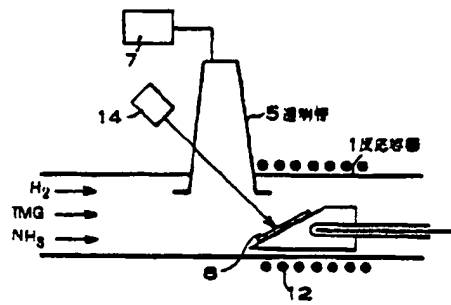
〔図1〕



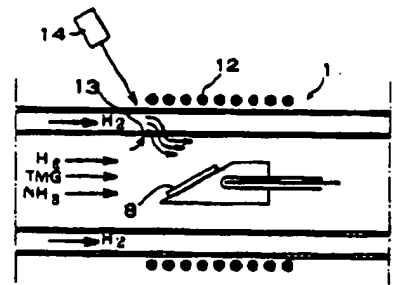
〔図2〕



〔図3〕



〔図4〕



〔図5〕

